

14-22804/A



特許
願
(4) 後記号をし
(特許法第58条ただし書)
の規定による特許出願

昭和49年 6月 13日

(2,500円)

特許庁長官 高藤英雄 殿

1. 発明の名称

アントラヘンノキセキ新しい反応性のアンスラキノン染料の製造法。

2. 特許請求の範囲に記載された発明の数

3

3. 発明者

住 所 埼玉県与野市上高台1059
氏 名 日本化薬株式会社
（はか1名）

4. 特許出願人

住 所 東京都千代田区丸の内一丁目2番1号
氏 名 (408) 日本化薬株式会社
代表者 取締役社長 近藤潤三

5. 代理人 〒100

住 所 東京都千代田区丸の内一丁目2番1号
日本化薬株式会社内 TEL (216) 0441
氏 名 (6126) 弁理士 竹田和志

6. 添付書類の目録

(1) 明細書 審査 1 通
(2) 願書副本 特許庁 1 通
(3) 委任状 49.6.13 1 通

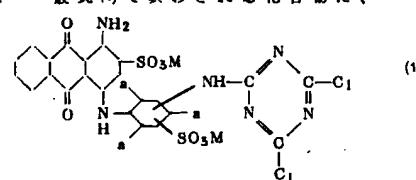
明細書

1. 発明の名称

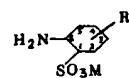
新しい反応性のアンスラキノン染料の製造法。

2. 特許請求の範囲

1. 一般式(1)で表わされる化合物に、



(式中、aはHまたはCH₃を表わし、一つのaがHのときは他のaはいずれもHであり、一つのaがCH₃のときは、他のaはいずれもCH₃であり、MはH又はアルカリ金属を表わす。)
一般式(2)の化合物



(2)

-147-

⑯ 日本国特許庁
公開特許公報

⑪特開昭 50-157422

⑬公開日 昭50.(1975)12.19

⑭特願昭 49-66564

⑮出願日 昭49.(1974)6.13

審査請求 未請求 (全5頁)

序内整理番号

6859 47
6869 47
6258 47

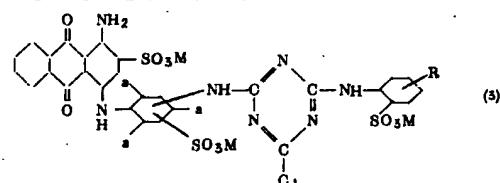
⑯日本分類

23 F0
23 F1
23 A0

⑮Int.Cl²

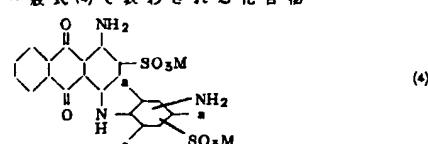
C09B 11/34
C09B 62/06

(式中、Rは1の位置の-SO₃Mに対して5または4位の-NHCOOB₁=CH₂か-NHOOCB₁CH₂B₁を表わし、Mは前に述べたと同じ意味を表わす。)を総合させることを特徴とする一般式(3)で表わされる化合物の製法。



(式中、a、M及びRは前に述べたと同じ意味を表わす。)

2. 一般式(4)で表わされる化合物

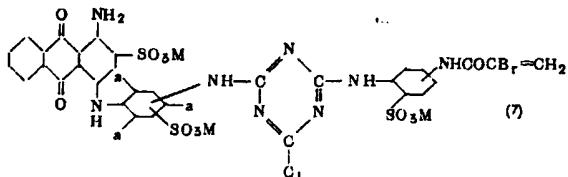


(式中、a及びMは前に述べたと同じ意味を表わす。)

に一般式(4)で表わされる化合物

BEST AVAILABLE COPY

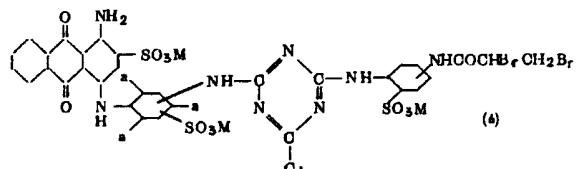
数とする一般式(7)の化合物の製法。



(式中、R及びMは前に述べたと同じ意味を表わす。)

を結合させることを特徴とする一般式(5)で表わされる化合物の製法。

3. 一般式(6)で表わされる化合物に



(式中、a及びMは前に述べたと同じ意味を表わし、-NHCOCHBrCH2Brは1の位置の-SO3Hに對し3又は4位にある。)

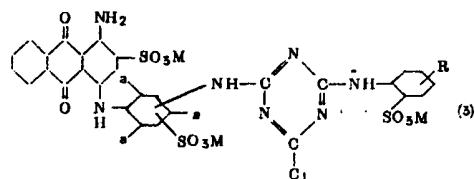
アルカリを作用させ脱臭化水素を行うことを特

であり、MはH又はアルカリ金属を表わす。)

一般式(2)の化合物



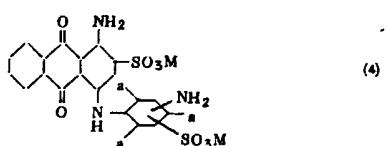
(式中、Rは1の位置の-SO3Hに對して3または4位の-NHOOCBr=CH2か-NHOOCBrCH2Brを表わし、Mは前に述べたと同じ意味を表わす。)を結合させることを特徴とする一般式(3)で表わされる化合物の製法であり、



(式中、a、M及びRは前に述べたと同じ意味を表わす。)

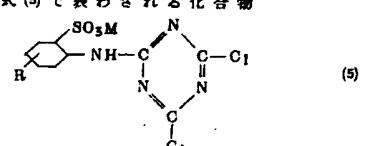
本発明の第2の発明は、

一般式(4)で表わされる化合物



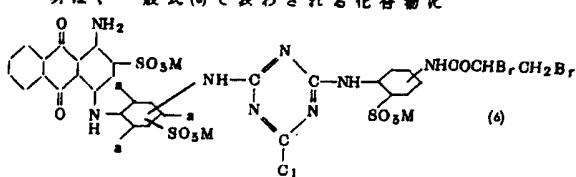
(式中、a及びMは前に述べたと同じ意味を表わす。)

IC一般式(5)で表わされる化合物



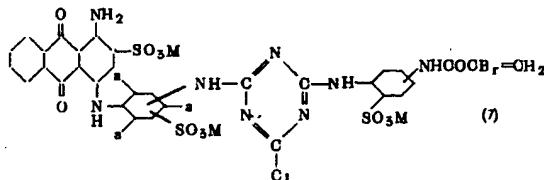
(式中、R及びMは前に述べたと同じ意味を表わす。)

を結合させることを特徴とする一般式(6)で表わされる化合物の製法であり、本発明の第3の発明は、一般式(6)で表わされる化合物に



(式中、 α 及び M は前に述べたと同じ意味を表わし、 $-NHCOCH_2CH_2Br$ は 1 の位置の $-SO_3M$ に對し 3 又は 4 の位置にある。)

アルカリを作用させ脱臭化水素を行なうことを特徴とする一般式(4)の化合物の製法である。



(式中、 α 及び M は前に述べたと同じ意味を表わし、 $-NHCOCH_2CH_2Br$ は 1 の位置の $-SO_3M$ に對し 3 又は 4 の位置にある。)

本発明の第 1 ~ 3 の発明の方法は公知の類似の方法に準じて行なうことができ、好ましくは第 1 の発明においては一般式(1)の化合物と一般式(2)の化合物を水溶液中で pH 4 ~ 7 温度 50 ~ 50 °C で結合させ、第 2 の発明においては一般式(4)の化合物に一般式(5)の化合物を水溶液中で pH 4 ~ 7 温度 25 ~ 40 °C で結合させ、この

に分散させた液に一般式(2)の化合物の水溶液を 10 ~ 20 °C の液温で、弱酸性から中性の pH で反応させ得ることができる。

本発明の染料は新規な青色の反応性染料であり各種の纖維状物質の染色、なつ染に使用でき、日光に堅牢な鮮明な青色に染めることが出来る。例えば、密素含有纖維、特に羊毛を弱い酸性浴から染色するのに適している。またセルローズ性物質例えは再生セルローズ、麻、特に木綿の染色、なつ染に優れた染色性を示す。

染色、なつ染された纖維は優れた耐光性と湿潤堅牢度をしめし、特に高い染着率と鮮明度に顯著な特徴を有する。

次に実施例をもつて、本発明を詳細に説明する。実施例中、部およびパーセントは、重量部および重量%を表わす。

実施例 1.

アセトン 120 部に溶かしたシアヌルクロライド 19.5 部を水水 100 部中に注入する。この中に式(4)の化合物 53.2 部を水 500 部に中性に

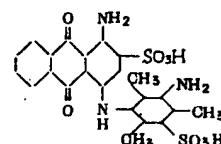
特開 昭50-157422(3)

ようにして得られた一般式(4)の化合物の水溶液に塩化ナトリウム又は塩化カリウムを液量の 10 ~ 20 部加え、染料を析出させ貯別し 50 ~ 80 °C で減圧乾燥すると目的の染料が得られる。第 3 の発明においては一般式(4)で表わされる化合物に水酸化ナトリウムのようなアルカリを処理することにより好ましくは pH 1.0 ~ 1.2 の範囲で脱臭化水素を行なうと一般式(4)で表わされる目的の染料が得られる。

ここで一般式(4)で表わされる化合物は、次のようにして製造できる。メタフェニレンジアミンスルホン酸またはパラフェニレンジアミンスルホン酸の水溶液に冷却下ローブロムアクリル酸クロライドまたは α 、 β -ジブロムプロピオン酸クロライドを反応させるかあるいは α 、 β -ジブロムプロピオン酸クロライドを反応させて得られた R が $-NHCOCH_2CH_2Br$ の式(2)の化合物にアルカリを作用させ脱臭化水素を行なつて、R を $-NHCOCH_2CH_2Br$ としてもよい。

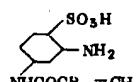
一般式(5)の化合物は、シアヌルクロライドを水

溶解した水溶液を滴下する。



(8)

この間は、反応液の温度を 0 ~ 5 °C に保ち、また 10 部炭酸ナトリウム水溶液を同時に滴下し pH が 4 ~ 6 に維持されるようにする。滴下が終了したら少しの間攪拌し、式(9)

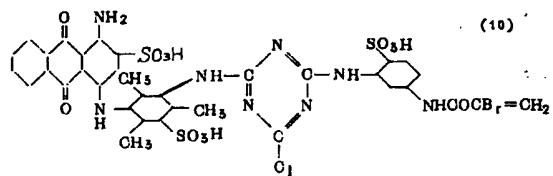


(9)

の化合物 35.3 部を水 400 部に中性に溶かした溶液を加え 2 時間をかけ 4 ~ 5 °C に昇温する。

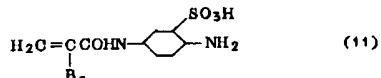
pH が 4 ~ 7 を保つように 10 部炭酸ナトリウム水溶液を滴下しつつ、この温度で 5 時間攪拌する。冷却してから塩化加里を液量の 10 部加え、染料を析出させ貯過する。60 ~ 70 °C で減圧で乾燥すると 110 部の染料が得られ、この染料は遊離酸の形で式(10)

BEST AVAILABLE COPY



で表わされる。このようにして得られた染料は
羊毛を藍半青色に染めることができる。

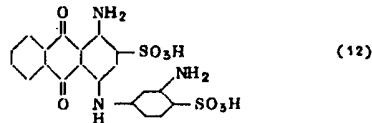
式(1)で表わされる化合物の代りに式(11)で表わ
される



化合物を使って同様に合成した染料も式(10)の
染料と殆ど同じ染色性を有する。

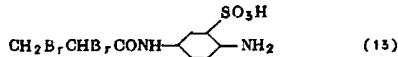
実施例 2.

式(12)で表わされる化合物 4.8.9 部と



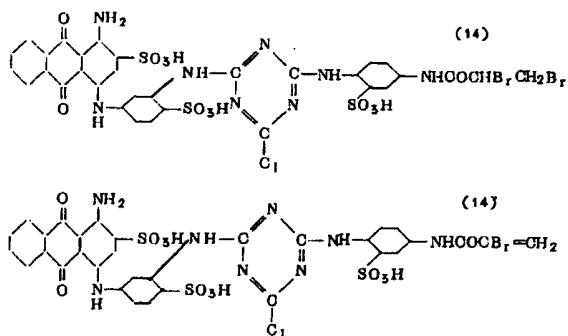
シアヌルクロライド 19.5 部を実施例 1 の方法
に従つて反応させる。

次いで式(13)で表わされる化合物 4.4.2 部



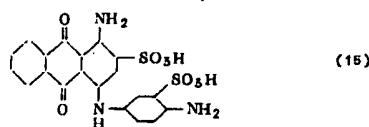
の懸濁液を加え温度 4.5 ~ 5.0 °C pH 5 ~ 7 で
5 時間反応させると遊離酸の形で式(14)で表わ
される染料が得られるが、この染料は、繊維を
青色に染めることができる。

式(14)の染料の水溶液に 1.0 ~ 2.0 °C で 1.0 部
水酸化ナトリウム水溶液を滴下して、30 分間
pH を 1.0 ~ 1.2 に保つと脱臭化水素が起き式
(14)' の染料が得られるがこのようにして得ら
れた染料も殆ど(14)の染料と同じ染色性をしめ
す。



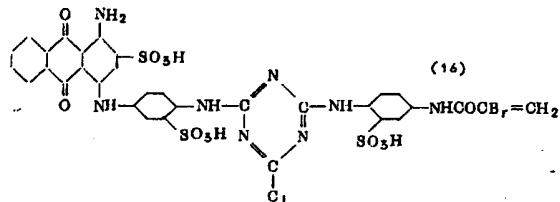
実施例 3.

シアヌルクロライド 19.3 部を水 100 部に
懸濁させた中に式(11)の化合物 3.2.1 部を含む
水溶液 400 部を注入し 0 ~ 5 °C pH 4 ~ 7 で
締合する。次いで式(15)



の化合物 4.8.9 部からなる水溶液 500 部を加え
3.0 ~ 3.5 °C pH 4 ~ 7 で 5 時間攪拌し、反応
を完結する。

得られた染料は遊離酸の形で式(16)で表わされ
実施例 2 によつて得られる染料



よりは、羊毛を緑味の青色に染めることができる。

使用例

実施例 1 の染料 1.0 部を 4 部酢酸 5.0 部、硫酸
ナトリウム 2.0 部、均染剤 1.0 部を含む水溶
液 1000 部に溶解する。この染浴中に羊毛 30
部を入れ 4.5 分を要して沸点に上げこの温度で
1 時間染色を行うと染料は殆ど全量羊毛に固着
する。羊毛を洗い乾燥すると青色の染色物が得

特明 昭50-157422(5)

られる。染色物は、日光堅牢度、墨綱堅牢度に
優れ、極めて鮮明な色調をしめす。

7. 前記以外の発明者

住 所 材江材谷 1750-2-404

特許出願人 日本化粧株式会社

氏名 山田繁司

BEST AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK (USPTO)